
Indonesian Physical Review

Volume 3 Issue 1, January 2020

P-ISSN: 2615-1278, E-ISSN: 2614-7904

PENENTUAN UKURAN BUTIR KRISTAL $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ DENGAN MENGGUNAKAN X-RAY DIFFRACTION (XRD) DAN SCANNING ELECTRON MICROSCOPE (SEM)

Lalu A. Didik¹

¹Program Studi Tadris Fisika, Fakultas Tarbiyah dan Keguruan, Universitas Islam Negeri Mataram, Indonesia
Email: laludidik@uinmataram.ac.id

INFO ARTIKEL

Article History

Received:13-01-2020

Revised:12-02-2020

Accepted:12-02-2020

Keywords :

Ukuran Butir;Kristal;
 $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$; SEM;
XRD; Persamaan Scherer

How To Cite : Didik.

2020. Penentuan Ukuran Butir Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM). *Indonesian Physical Review* Vol 3 (1), pp: 6-14

DOI :

<https://doi.org/10.29303/ipr.v3i1.37>

ABSTRAK

Telah dilakukan pengukuran ukuran butir Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ dengan menggunakan persamaan Scherer dan analisa langsung menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM). Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ disintesis dengan menggunakan metode solid state reaction. Untuk dapat mendapatkan data menggunakan persamaan Scherer, sampel harus terlebih dahulu dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Hasil penghitungan menggunakan persamaan Scherer menunjukkan ukuran butiran Kristal sebesar $(0,113 \pm 0,015) \mu\text{m}$ dengan ralat relatif sebesar 13,2 %. Sedangkan pengukuran secara langsung menggunakan SEM menunjukkan ukuran butir Kristal sebesar $(1,08 \pm 0,23) \mu\text{m}$ dengan ralat relatif sebesar 21 %. Perbedaan hasil penghitungan dengan hasil pengukuran menggunakan SEM disebabkan karena morfologi lapisan. Morfologi kristal yang dihasilkan oleh scanning berkas elektron sekunder pada SEM memungkinkan untuk mendapatkan perbesaran gambar yang cukup sehingga dapat dilakukan pengukuran secara langsung. Sedangkan penghitungan ukuran butir Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ menggunakan persamaan Scherer berdasarkan prinsip difraksi sinar X dengan jarak antar celahnya adalah jarak antar atom pada Kristal sehingga untuk mendapatkan data ukuran butir Kristal menggunakan persamaan Scherer sampel harus terlebih dahulu dikarakterisasi menggunakan XRD. Selain itu, karena dilakukan secara langsung pengukuran hasil karakterisasi menggunakan SEM bukan mengukur ukuran butir Kristal melainkan ukuran partikel.

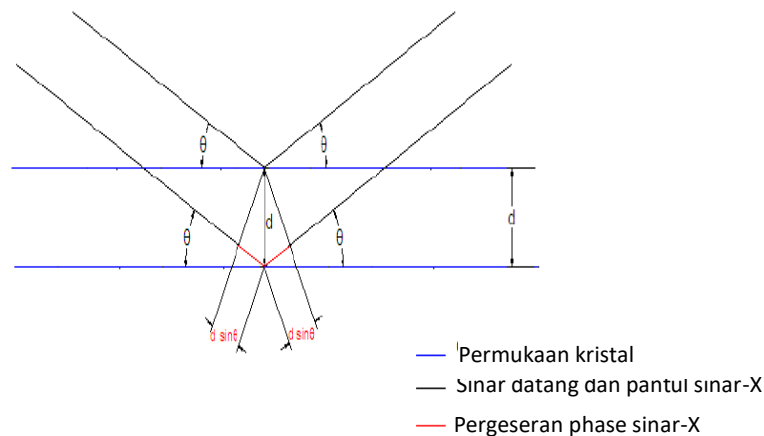
Copyright © 2020 IPR. All rights reserved.

Pendahuluan

Dalam usaha mengklasifikasi material, perlu ditentukan apakah material tersebut berbentuk kristal, nonkristal atau campuran keduanya. Material Kristal adalah material yang memiliki susunan atom yang teratur. Sedangkan material non Kristal memiliki susunan penyusun yang tidak teratur [1].

Studi tentang sifat fisika pada suatu material kristalin sangat penting dalam aplikasi teknologi. Setelah penumbuhan material kristalin dilakukan karakterisasi sifat fisisnya merupakan hal yang sangat penting. Morfologi (dalam hal ini yang dimaksud adalah permukaan, cacat dan ukuran butir) merupakan salah satu parameter untuk menjelaskan sifat fisis suatu material [2]. X-Ray Difraktometer merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk mengetahui ukuran butir suatu material kristal [1].

Keuntungan kisi difraksi terletak pada keunggulan resolusinya, yang memungkinkan kita memperoleh pemisahan sempurna atas panjang-panjang gelombang yang berdekatan [3]. Akan tetapi perlu diperhatikan bahwa jarak antar kisi haruslah dalam orde beberapa kali panjang gelombang. Untuk cahaya tampak, hal ini sangat sulit diwujudkan, tetapi untuk panjang gelombang yang sangat pendek, tidaklah mungkin membuat kisi dengan nilai d sekecil itu. Sebagai contoh, bagi sinar X dengan orde panjang gelombang 1 \AA kita perlu membuat kisi dengan jarak antar celahnya lebih kecil dari 1 \AA . Pemecahan bagi masalah di atas telah diketahui sejak percobaan rintisan Laue dan Bragg yang menggunakan atom-atom itu sendiri sebagai kisi difraksi seperti yang ditunjukkan oleh gambar 1 [4].



Gambar 1. Suatu Berkas Sinar-X dipantulkan dari kumpulan bidang kristal yang berjarak d

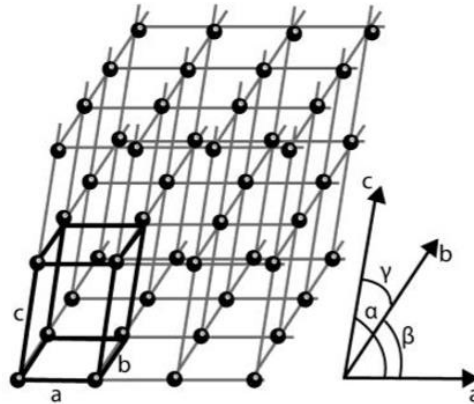
Tinjau susunan atom yang diperlihatkan pada gambar 1, yang mewakili sebagian kecil irisan dua dimensi kristal. Masing-masing atom ini akan memantulkan sinar X yang dijatuhkan pada kristal ke semua arah, namun hanya pada satu arah tertentu gelombang yang terpantul akan berinterferensi secara maksimum. Andaikanlah barisan-barisan atom pada kristal berjarak d satu sama lain, maka masing-masing bidang pada atom ini akan memantulkan sebagian berkas sinar-X yang dijatuhkan pada kristal.

Muka gelombang yang dipantulkan bidang kedua akan ktinggalan dari yang dipantulkan oleh bidang terdepan karena gelombang yang dipantulkan bidang kedua akan menempuh jarak tambahan $2 d \sin \theta$ dimana θ adalah sudut datang yang diukur dari permukaan kristal. Jika beda jalan ini sama dengan kelipatan bulat dari panjang gelombang, maka berkas - berkas yang terpantulkan itu akan berinterferensi secara konstruktif sehingga memberikan suatu intensitas

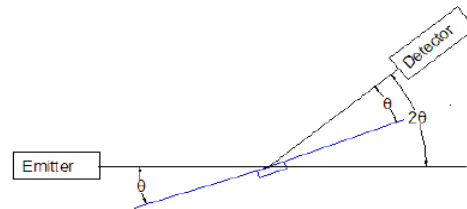
maksimum. Jadi, pernyataan mendasar bagi maksimum interferensi dalam difraksi sinar X pada kristal adalah

$$2 d \sin \theta = n\lambda \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (1)$$

Pilihan kita bagi bidang pantul di atas adalah sebarang, karena tidak ada patokan bagi kita untuk menentukan pilihan himpunan atom yang mana guna menggambarkan bidang - bidang pantul yang melaluinya. Gambar 2. memperlihatkan suatu irisan kristal yang lebih besar. Terdapat banyak bidang pantul yang mungkin untuk dipilih, masing - masing dengan nilai θ dan d yang berbeda.

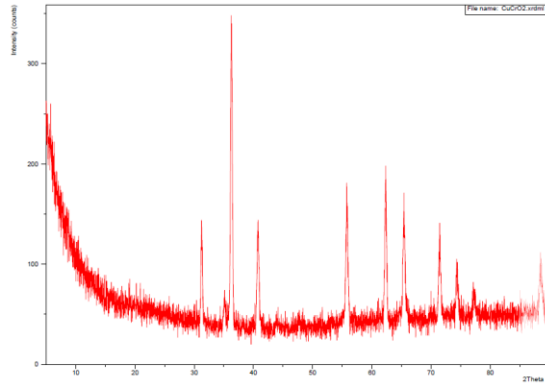


Gambar 2. Seberkas Sinar X dapat dipantulkan dari bidang kristal yang Berbeda [3].



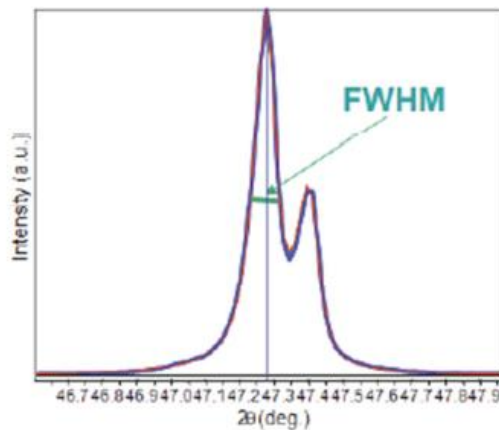
Gambar 3. Geometri Scan θ - 2θ Detektor XRD[4].

Pada saat kita mengamati interferensi konstruktif, sampel telah berotasi sejauh θ , sedangkan detector telah berotasi sejauh 2θ seperti yang ditunjukkan pada gambar 3. Karena sampel telah berotasi sejauh θ , sedangkan detector telah berotasi sejauh 2θ sehingga grafik hasil difraksi sinar X adalah plot hubungan antara Intensitas dan sudut 2θ . Pola hasil XRD untuk sampel CuCrO_2 diperlihatkan pada gambar 4.



Gambar 4. Pola Difraksi Sinar X Senyawa CuCrO₂

Lebar tiap puncak hasil difraksi sinar X menunjukkan ukuran butir Kristal [5]. Untuk menentukan ukuran butir dapat menggunakan persamaan Scherer, oleh karena itu diperlukan nilai FWHM (*Full Width High Maximum*) tiap puncak.



Gambar 5. Full Width High Maximum (FWHM)

Ukuran Kristal kemudian dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherer, seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.

$$D = \frac{k \lambda}{B_0 \cos \theta} \quad (2)$$

Dengan D merupakan ukuran butir Kristal, λ merupakan panjang gelombang sinar-X (\AA), B_0 merupakan lebar puncak pada setengah maksimum (*Full Width Half Maksimum*, FWHM), θ merupakan sudut bragg. Karena XRD menggunakan sinar Cu K α maka anjang gelombang yang digunakan sebesar 1,54098 \AA , dan $k = 1$.

Selain menggunakan XRD, ukuran butir Kristal dapat juga ditentukan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM). SEM merupakan salah satu alat yang populer untuk mengukur ketebalan dan ukuran butir suatu material [2][6][7]. SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan atau

morfologi suatu material. Pada dasarnya, prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi sehingga permukaan benda haruslah konduktif [8]. Oleh karena itu permukaan benda haruslah bersifat konduktif sehingga untuk karakterisasi material non konduktif terlebih dahulu harus dilapisi oleh material konduktif. Material konduktif yang biasanya digunakan adalah material Au atau Au-Pt.

Permukaan benda yang dikenai berkas elektron akan memantulkan kembali berkas electron tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi hanya ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda. Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan hasil pengukuran ukuran butir Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ menggunakan persamaan Scherer dan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

Metode Eksperimen

Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ disintesis melalui metode *solid state reaction*. CuO (PA 99%), Cr_2O_3 (PA 99%) dan NiO (PA 99%) dicampur kemudian digerus selama 2 jam. Sampel kemudian dikompaksi dalam cetakan dengan tekanan 200 bar sehingga berbentuk pelet. Sampel dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 1100 °C dengan kenaikan suhu 1°C per menit dan ditahan selama 12 jam.

Karakterisasi X-Ray Diffraction(XRD).

Sampel $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan didapatkan data puncak - puncak Kristal. Data kemudian diplot menggunakan software *microcal origin* dan kemudian menggunakan *fitting Lorentzian* untuk mendapatkan nilai FWHM dan *center* puncak. Data ukuran butir Kristal diperoleh dari hasil penghitungan menggunakan persamaan Scherer. Nilai FWHM diperoleh dari hasil lebar pada setengah puncak difraksi sinar - X. FWHM diperoleh dari nilai *width* dibagi 2 dan dikonversi ke dalam radian (dikali 3,14/180 rad). Sudut bragg diperoleh dari nilai *centre* (xc). Puncak yang digunakan sebanyak tiga buah dan kemudian diambil nilai rata - ratanya.

Karakterisasi Scanning Electron Microscope (SEM).

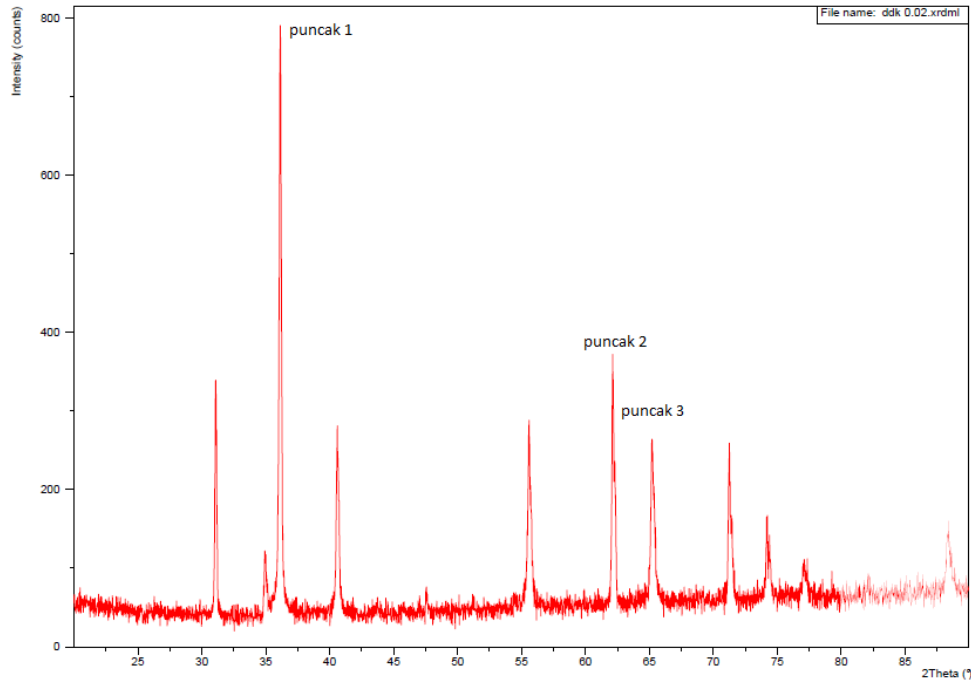
Sebelum dilakukan karakterisasi, $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ terlebih dahulu *dicoating* dengan emas menggunakan metode *sputtering* selama 2 s. Perbesaran yang digunakan sebesar 20.000 kali. Morfologi kristal ditayangkan secara langsung sehingga ukuran butir kristal dapat diukur secara *real time*. Data beberapa ukuran butir kristal kemudian dirata-ratakan untuk memperoleh ukuran butir kristal rata-rata.

Hasil dan Pembahasan

Data output dari XRD berupa grafik hubungan intensitas dan sudut 2θ seperti ditunjukkan pada gambar 6. Banyaknya puncak yang terjadi menunjukkan bahwa Kristal yang terbentuk adalah polikristalin [5]. Tiap puncak kristal hasil karakterisasi XRD menunjukkan ukuran butir kristal. Sehingga untuk kasus polikristal akan diperoleh beberapa ukuran butir kristal dan

diambil nilai rata-ratanya. Puncak-puncak yang dianalisis pada grafik XRD $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ ditunjukkan pada gambar 6.

Fitting lorentzian dilakukan pada ketiga puncak yang sudah ditandai. Sebagai acuan utama digunakan puncak yang memiliki intensitas tertinggi. Kemudian diambil beberapa puncak lainnya sehingga diperoleh nilai rata-rata ukuran butir.

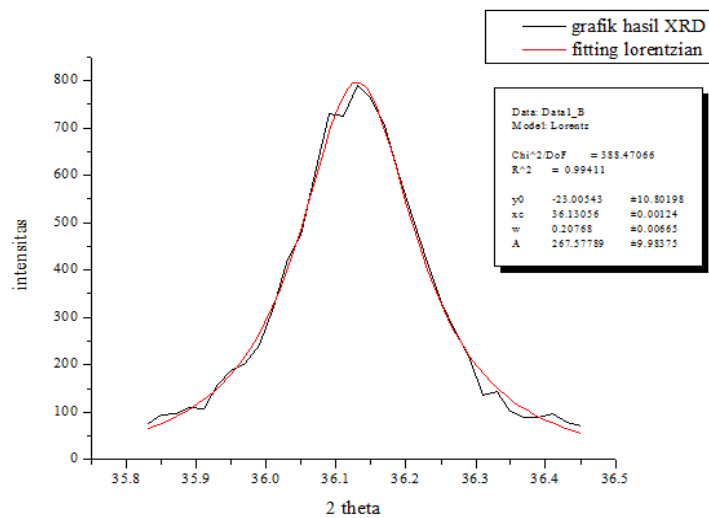


Gambar 6. Grafik Hasil Karakterisasi XRD Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$

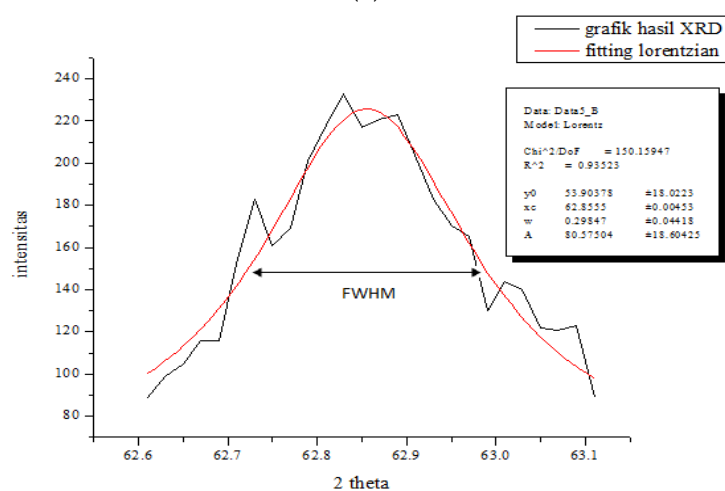
Tabel 1. Data Hasil Penghitungan Ukuran Butir Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$

No	Puncak	FWHM (rad)	center	Ukuran Butir (μm)
1	Puncak 1	0,090	36,12	0,103
2	Puncak 2	0,095	55,58	0,105
3	Puncak 3	0,08	62,12	0,130
Rata - rata				0,113
Standar Deviasi				0,015

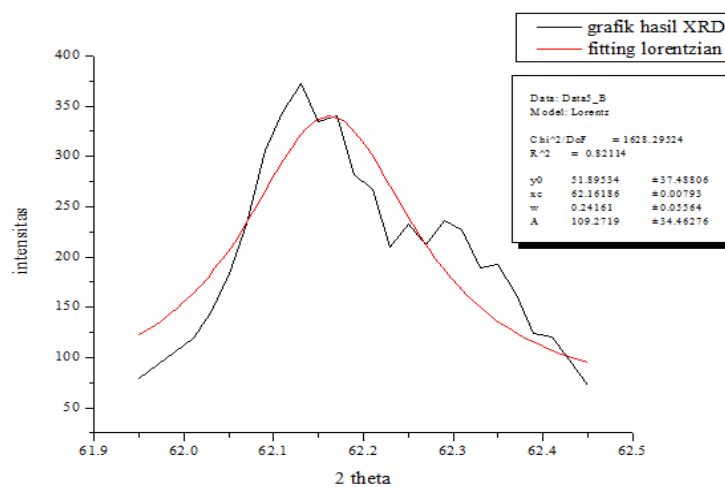
Berdasarkan data hasil *fitting lorentzian* pada gambar 7 diperoleh semua parameter yang diperlukan dalam penghitungan ukuran butir kristal. Nilai *center* diperoleh langsung dari *fitting lorentzian* pada gambar 7. Data FWHM dan *center* disubstitusikan ke persamaan 2 untuk mendapatkan nilai ukuran butir kristal seperti yang ditunjukkan pada tabel 1. Tampak bahwa ukuran butir kristal masih dalam orde mikrometer. Hal ini karena sintesis yang digunakan menggunakan metode solid state reaction. Adanya pemanasan dengan suhu tinggi memungkinkan terjadinya ikatan antar butir Kristal sehingga volume kristal akan membesar [9,10].



(a)



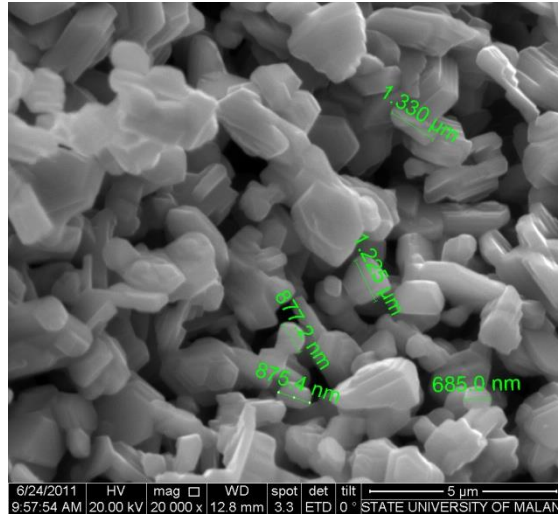
(b)



(c)

Gambar 7. Hasil *Fitting Lorentzian* (a) Puncak 1, (b) Puncak 2, (c) Puncak 3

Lebar FWHM yang sempit juga mengindikasikan bahwa ukuran partikel ini sedikit lebih besar. Untuk ukuran butir dalam orde nanometer, tentunya lebar FWHM harus lebih besar. Hal ini dijelaskan melalui persamaan Scherer dimana ukuran butir berbanding terbalik dengan FWHM. Semakin besar lebar FWHM, semakin kecil ukuran butir Kristal.



Gambar 8. Pengukuran ukuran butir Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$

Gambar 8 menunjukkan morfologi Kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$. Tampak butiran – butiran Kristal tersusun menggumpal dengan ukuran yang berbeda. Morfologi seperti yang ditunjukkan pada gambar 8 merupakan ciri khas morfologi lapisan Kristal yang disintesis menggunakan metode solid state reaction [9].

Ukuran butiran kristal hasil karakterisasi SEM terlihat secara langsung. Dengan mengambil nilai rata – rata beberapa butir kristal didapatkan bahwa ukuran butir kristal $\text{CuCr}_{0,98}\text{Ni}_{0,02}\text{O}_2$ yang diukur menggunakan SEM sebesar $(1,08 \pm 0,23) \mu\text{m}$ dengan ralat relatif sebesar 21%. Nilai ralat relatif yang besar menunjukkan bahwa ukuran butir tidak seragam antara satu sama lainnya. Terdapat perbedaan antara hasil penghitungan dengan menggunakan persamaan Scherer dibandingkan dengan pengukuran secara langsung menggunakan SEM. Hal ini disebabkan karena pengukuran menggunakan SEM menggunakan metode pengukuran secara langsung [11]. Topografi morfologi kristal yang dihasilkan oleh *scanning* berkas elektron sekunder pada SEM memungkinkan untuk mendapatkan perbesaran gambar yang cukup sehingga dapat dilakukan pengukuran secara langsung [12]. Sedangkan penghitungan ketebalan melalui persamaan Scherer berdasarkan analisis difraksi sinar X pada polikristal yang memiliki orientasi Kristal yang sangat banyak.

Perbedaan hasil pengukuran menggunakan SEM dan XRD disebabkan karena perbedaan metode pengukuran dan juga kemungkinan terdapat perbedaan besaran yang terukur. Persamaan Scherer menggunakan analisa hasil XRD sehingga memungkinkan untuk mengukur butiran kristal sebenarnya. Hal ini disebabkan karena orde gelombang sinar X dapat terdifraksi

oleh jarak antar atom pada butir-butir kristal. Sedangkan pengukuran menggunakan SEM, karena menggunakan prinsip *scanning* electron hanya memunculkan morfologi permukaan saja sehingga yang tampak adalah butir partikel bukan butir kristalnya.

Kesimpulan

Ukuran butir kristal dapat ditentukan dengan analisa hasil XRD menggunakan persamaan Scherer dan pengukuran secara langsung menggunakan SEM. Terdapat perbedaan yang pada hasil pengukuran antara kedua metode pengukuran. Selain karena perbedaan metode pengukuran, kemungkinan juga terdapat perbedaan besaran yang terukur. Persamaan Scherer menggunakan analisa hasil XRD sehingga memungkinkan untuk mengukur butiran kristal sebenarnya. Sedangkan pengukuran menggunakan SEM hanya memunculkan morfologi permukaan saja sehingga yang tampak adalah butir partikel bukan butir kristalnya.

Daftar Pustaka

- [1] Smallmen, R. E. (1999). *Metalurgi Fisik Modern & Rekayasa Material*. Jakarta : Erlangga.
- [2] Movla, Hossein. (2014). Simulation Analysis of The Alumunium Thin Film Thickness Measurement by Using Low Energy Electron Beam. *Optik*, 125 Hal 71-74. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2013.06.033>
- [3] Krane, Kenneth. (1982). *Fisika Modern*. Jakarta : UI Press.
- [4] Martinez, Ramon Diaz. 2009. Synthesis of CuAlO₂ Thin Films by Pulsed Layer Deposition. *Thesis of University of Puerto Rico*.
- [5] Lalu A. Didik. (2017). Pengukuran Kalor Jenis Material Menggunakan Modifikasi Persamaan Teorema Stefann Boltzman. *Konstan*, 2 (2), Hal. 47-50
- [6] Mariappan, R. (2014). Influence of Film Thickness on The Properties of Sprayed ZnO Thin Films for Gas Sensor Applications. *Supperlattices and Microstructure* 71 Hal. 238-249. <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2014.03.029>
- [7] Senthilarasu, S. (2005). Substrate Temperature Effects on Structural Orientation and Optical Properties of Zinc Phthalocyanine (ZnPc) Thin Films. *Material Science and Engineering B* 122 Hal. 100-105. DOI: [10.1016/j.mseb.2005.05.005](https://doi.org/10.1016/j.mseb.2005.05.005)
- [8] Abdullah, Mikrajudin dan Khairurrijal. (2009). Review : Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 2 (1). Hal. 1-9
- [9] Barsoum, M. W. 2003. *Fundamentals of Ceramics*. IOP Publishing.
- [10] Lalu A. Didik (2019). Analisa Efek Jahn Teller Terhadap Struktur Kristal Senyawa Delafossite AgCr_{1-x}Ni_xO₂. *Indonesian Physical Review*, 2 (2), Hal. 49-56. DOI: <https://doi.org/10.29303/ipr.v2i2.22>
- [11] Lalu A. Didik (2014). Penentuan Ketebalan Polistiren dan Zinc Phthalocyanine (ZnPc) dengan Modifikasi Persamaan Sauerbrey dan Scanning Electrone Microscope. *Natural B*, 2 (4), Hal. 331-335. DOI <https://doi.org/10.21776/ub.natural-b.2014.002.04.6>
- [12] Makesh Kumar and Clas Persson (2013). Structural, Electronic and Optical Properties of Silver Delafossite Oxide: First Principal Study with Hybrid Functional Material. *Physica B*, 422, 20-27. Doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.physb.2013.04.035>